

**(54) PRODUCTION OF COKE**

(11) 61-87788 (A) (43) 6.5.1986 (19) JP  
 (21) Appl. No. 59-209651 (22) 5.10.1984  
 (71) NIPPON KOKAN K.K. (72) TAKEO SATO(4)  
 (51) Int. Cl. C10B57 04

**PURPOSE:** To improve the quality and productivity of coke and to reduce manufacturing cost, by controlling the applicable lower limit of components of raw coal blend with three parameters of rank of calification, the max. fluidity of coal and the sum of inert component and mineral of coal.

**CONSTITUTION:** In the production of coke by a stamp charging press, the applicable lower limit of components of raw coal blend is controlled with three parameters of ranks of calification (anti Ro), the max. fluidity (MF) of coal and the sum (T·In) of inert component and mineral of coal to produce coke. In the preparation of compacted stamped cake of raw coal blend having a bulk density of 0.90~1.10 dry weight T m<sup>3</sup>, the applicable lower limit of raw coal blend is preferably controlled under such conditions that when T·In is less than 40%, anti Ro is 1.00 and MF is 60, while when T·In exceeds 40%, Ro is 1.00 and MF is 100.

**(54) PRODUCTION OF COKE FOR ISOTROPIC CARBON MATERIAL**

(11) 61-87789 (A) (43) 6.5.1986 (19) JP  
 (21) Appl. No. 59-208322 (22) 5.10.1984  
 (71) NIPPON STEEL CORP(1) (72) KENICHI FUJIMOTO(2)  
 (51) Int. Cl. C10B57 06

**PURPOSE:** To obtain inexpensively coke for isotropic carbon material 1, which has fine optical anisotropic tissue, by adding a high-molecular material contg. hydroxyl groups to a bituminous substance such as coal tar pitch, oxidizing the mixture and carbonizing the oxidized product.

**CONSTITUTION:** 10~50wt% high-molecular material contg. hydroxyl groups such as still residue pitch of phenols or phenolic resin is added to a bituminous substance such as coal tar pitch or petroleum asphalt. The mixture is molten by heating it at 200~400°C, and oxidized, e.g., by introducing an oxidizing gas (e.g. air). The oxidized mixture is carbonized at 550~600°C in an inert atmosphere to obtain the desired coke for isotropic material. The resulting coke is crushed and mixed with a binder. The mixture is briquetted, fired and graphitized to obtain an isotropic high-density graphite material.

**(54) PRODUCTION OF PRECURSOR PITCH FOR CARBON FIBER**

(11) 61-87790 (A) (43) 6.5.1986 (19) JP  
 (21) Appl. No. 59-209532 (22) 5.10.1984  
 (71) KAWASAKI STEEL CORP(1) (72) YUKIHIRO OOSUGI(2)  
 (51) Int. Cl. C10C3 08, C10C3 10, D01F9 14

**PURPOSE:** To obtain the titled pitch for carbon fiber, which has excellent thermal stability, spinnability, infusibility, etc., by dissolving tar pitch in an arom. solvent to separate and remove quinoline and pyridine insolubles and heat-treating the residue.

**CONSTITUTION:** Tar pitch is dissolved in an arom. solvent (e.g. pyridine) and the resulting soln. is subjected to a separating treatment such as centrifugal separation or filtration to remove quinoline insolubles mainly composed of carbon to such an extent that the content thereof is reduced to a trace amount, and at the same time to remove pyridine insolubles to such an extent that the content thereof is reduced to 5wt% or below. The resulting pitch is heat-treated to obtain a precursor pitch for carbon fiber, which contains 45~65wt% benzene insolubles and no mesophase. Pref. the heat treatment is carried out at 350~450°C under reduced pressure of 20mmHg while bubbling inert gas through the soln.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭61-87788

⑫ Int.Cl.<sup>4</sup>  
C 10 B 57/04

識別記号

庁内整理番号  
7162-4H

⑬ 公開 昭和61年(1986)5月6日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 コークス製造方法

⑮ 特 願 昭59-209651

⑯ 出 願 昭59(1984)10月8日

⑰ 発明者	佐藤 武夫	鎌倉市城廻100-27
⑰ 発明者	森下 良彦	横浜市緑区三保町2710-150
⑰ 発明者	竹林 秀行	横須賀市岩戸3-34-3
⑰ 発明者	加藤 友則	横浜市鶴見区馬場5-17-11
⑰ 発明者	上田 尚	町田市南成瀬6-2-18
⑰ 出願人	日本鋼管株式会社	東京都千代田区丸の内1丁目1番2号
⑰ 代理人	弁理士 木村 三朗	外1名

明 細 書

1. 発明の名称

コークス製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) スタンプチャージ方式によるコークス製造方法において、原料配合炭の成分適用下限値を、石炭化度(R<sub>0</sub>)、石炭最高流動度(MF)及び石炭の不活性成分及び灰物質の和(T.I<sub>a</sub>)の3つのパラメータで管理することを特徴とするコークス製造方法。

(2) 前記原料配合炭を、嵩密度0.90~1.10乾量T/m<sup>3</sup>の圧密成型ケーキに調製する場合において、前記原料配合炭の成分適用下限値を、T.I<sub>a</sub>40%未満の場合R<sub>0</sub>:1.00、MF:60及びT.I<sub>a</sub>40%以上の場合R<sub>0</sub>:1.00、MF:100として管理することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のコークス製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、コークス特に高炉原料として好適な

冶金用コークスの製造方法に関するものである。

〔従来の技術〕

近時高炉の大型化ならびに原料炭質の多様化に伴なつて、コークス製造に當つても、これに対処することが要望されている。

これら要望に対して炭入炭の嵩密度を増加させてコークス炉の生産性および生成コークスの品質を向上させ、よつて低品位炭を利用しようとする試みが行なわれている。

原料配合炭を圧密成型ケーキ装入法(以下スタンプチャージ法という。)を用いる場合、従来の粉炭装入法に比べその嵩密度増加効果により、乾留後のコークス品質の向上が可能となる。

一般的にスタンプチャージ法で生成するコークスは、通常法のそれと比べて、細粒化の傾向がある。

これは嵩密度を増したため乾留過程にて軟化熔融し、コークス化する時、亀裂発生が多くなるためとされているが、これを改善するため、配合炭に粉コークスの添加あるいは特開昭59-

38279号に開示されているように、配合炭中のマセラルグループの不活性成分と鉱物質との和即ちトータルイナーツ（以下 $T.I_n$ という。）の調節によりコークス粒径の改善または潰裂強度の向上をはかっているが、これらにはもう一つ重要なファクターである石炭の軟化溶解性（ガスラブラストメーターによる最高流動度 $d.d.p.m.$ を用いる。以下 $MF$ という。）と生成コークス特性との相関が明示されてないので実操業での指針とはならない。

〔発明が解決しようとする問題点〕

仮上の如くスタンプチャージ方式は、従来の粉炭装入法に比べ、その嵩密度が増加し、乾留後のコークス品質の向上が可能となり、原料配合炭品位を従来法よりも下げられるというメリットがある。

一方スタンプチャージ方式の欠点である、生成コークスの細粒化を改善するために前述の如く種々の試みが行なわれていたが本発明は、更に配合炭のコークス化特性特に $MF$ 、 $T.I_n$ に加うるに

て、石炭化度 $\bar{R}_0$ については1.00一定とし、 $MF$ 及び $T.I_n$ と冷間強度との関連について後述する実施例に示す如き実験を行なった。その結果

(1)  $T.I_n$ を30多一定とし $MF$ を100(A)、80(B)、60(C)となるように原料配合炭を調整し嵩密度を0.73（粉炭装入）～1.10乾量 $T/m^3$ まで変化させ、生成コークスの冷間強度 $DI_{15}^{50}$ との関係を求めた結果第1図に示す如く、 $T.I_n$ 30多程度では $MF$ 60(C)が下限である。

(2)  $MF=100$ （一定）とし、 $T.I_n$ を30多(D)、35多(E)、40多(F)となるように原料炭を配合し、前項と同様に嵩密度を変化させ、生成コークスの冷間強度 $DI_{15}^{50}$ との関係を求めた結果第2図に示す如く $T.I_n$ の上限値は40多であることが判明した。

後述する実施例の結果より明らかな如く、スタンプチャージすることにより、何れの配合炭でも粉炭装入に比べて、生成コークスの冷間強度が向上している。然し嵩密度は1.05乾量 $T/m^3$ 以上になると、向上が止まり、下る傾向になる。これは

石炭化度（ビトリニットの平均反射率 $\bar{R}_0$ ）について、配合炭の限界品位を把握し、スタンプチャージ方式におけるコークス製造法において、より有利なコークス製造法を確立するにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者等は、配合炭の成分 $MF$ 、 $T.I_n$ 、更に $\bar{R}_0$ について各種の配合を組み、これら配合炭について焼成実験を重ねた結果スタンプチャージ方式によるコークス製造方法において上記コークス化特性をパラメータとして原料配合炭の配合割合を決定することによつて本発明の目的を達成し得たものである。

本発明者等は種々の実験の結果から、石炭化度（ $\bar{R}_0$ ）については、従来の粉炭装入法では嵩密度約1.10乾量 $T/m^3$ 以上でないとコークス冷間強度で好ましい $DI_{15}^{50}=920$ 以上のものは得られなかつたが、スタンプチャージすることにより $\bar{R}_0=1.00$ であれば冷間強度 $DI_{15}^{50}=920$ 付近に近づくということを知見していた。また購入石炭構成からも $\bar{R}_0=1.00$ 程度が実際的な適用下限値とみ

ある程度以上圧密にすると、石炭の粒子間距離が近くなりすぎ、乾留時の膨張ストレスが増大し、亀裂が多く発生し、コークス品質に悪影響が出るものと思われる。

圧密度をむやみに増やすことは設備費も増大するので得策ではないので嵩密度（乾量 $T/m^3$ ）は0.90～1.10程度好ましくは1.00～1.05あれば十分である。

また嵩密度1.00乾量 $T/m^3$ に圧密し $T.I_n$ 及び $MF$ を変化せしめた場合の生成コークス平均粒径は、実炉配合炭（粉炭）の場合と $T.I_n$ を40多とした場合のものが同程度であり、 $T.I_n$ がコークス粒度調整に役立ち、従来スタンプチャージ方式の場合における細粒化問題を解決しうるものである。

以上より本発明は、スタンプチャージ方式によるコークス製造方法において、原料配合炭の成分適用下限値を石炭化度（ $\bar{R}_0$ ）、石炭最高流動度（ $MF$ ）及び石炭の不活性成分及び鉱物質の和（ $T.I_n$ ）の3つのパラメーターで管理するものであり、より具体的には、原料配合炭の嵩密度0.90～

1.10乾量T/wの圧密成型ケーキを調整するに際し、原料配合炭の成分適用下限値を、T・I<sub>n</sub> 40%未満の場合R<sub>0</sub>: 1.00 MF: 60及びT・I<sub>n</sub> 40%以上の場合R<sub>0</sub>: 1.00, MF: 100として管理するコークス製造方法である。

以下次に実施例を示す。

#### 〔実施例〕

第1表に示す如き実炉配合炭（粉炭装入）及び試験配合炭A、B、Cの配合割合、組成のものを粒度-3=80%、水分9%に調整し、スタンプケーキの寸法巾375mm×長985mm×高820mmとしそのケーキ嵩密度を0.73（粉炭装入）～1.10乾量T/wに変化させ、それぞれを250kg電気炉で乾留し、生成した夫々のコークス強度DI<sub>15</sub><sup>30</sup>を測定し、この結果を第1図に示す。

なお試験配合炭の配合に当つてはR<sub>0</sub>=1.00 T・I<sub>n</sub>=30%と一定とし、MFのみA=100、B=80、C=60とした。

また通常操業（粉炭装入）の実炉配合炭を250kg電気炉で同条件で乾留した時のDI<sub>15</sub><sup>30</sup>=91.6を

第1図に明らかな如く、T・I<sub>n</sub> 30%程度ではMF=60（C配合）が下限値であると言える。

次に、MF及びR<sub>0</sub>を夫々100及び1.00一定としT・I<sub>n</sub>をD=30% E=35% F=40%となるように原料炭を配合した。その配合割合（%）及び各成分を第2表に示す。

第2表 試験配合炭の配合割合及び成分

	配合炭銘柄	試験配合炭		
		D	E	F
原料配合炭割合（%）	米国低揮発分炭	0	0	0
	、中揮発分炭	0	0	0
	、高揮発分炭	0	0	0
	カナダ炭	15	13	13
	濠州 強粘炭	11	17	17
	、準強粘炭	26	22	23
	、弱粘炭	28	21	20
	南ア炭	17	24	19
	オイルコークス	3	3	8
成分	反射率（R <sub>0</sub> ）	1.00	1.00	1.00
	MF(d.d.p.m)	100	100	100
	T・I <sub>n</sub> （%）	30.0	35.0	40.0
	VM（%）	27.8	27.5	26.1
	Ash（%）	8.4	8.3	7.9

基準値として第1図に図示した。

第1表 試験配合炭及び実炉配合炭の配合割合、成分

	配合炭銘柄	試験配合炭			実炉配合炭
		A	B	C	
原料配合炭割合（%）	米国低揮発分炭	0	0	0	2
	、中揮発分炭	0	0	0	12
	、高揮発分炭	0	0	0	8
	カナダ炭	15	22	22	30
	濠州 強粘炭	11	10	10	4
	、準強粘炭	26	20	17	29
	、弱粘炭	28	28	31	13
	南ア炭	17	17	17	0
	オイルコークス	3	3	3	2
成分	反射率（R <sub>0</sub> ）	1.00	1.00	1.00	1.14
	MF(d.d.p.m)	100	80	60	475
	T・I <sub>n</sub> （%）	30.0	30.0	30.0	28.9
	VM（%）	27.8	27.6	27.6	25.6
	Ash（%）	8.4	8.5	8.6	8.4

試験配合炭D、E、Fについて前述のA、B、C配合と同様な乾留試験を行ない、嵩密度と生成コークスのDI<sub>15</sub><sup>30</sup>との関係を求めた。その結果を第2図に示す。

第2図に明らかな如く、T・I<sub>n</sub>=40%（F配合）が上限値であると言える。即ちT・I<sub>n</sub>を40%とする場合にはMFは100を必要とすることを示している。

次に嵩密度1.00乾量T/wでのそれぞれの生成コークスの平均粒径と比較例として実炉配合炭を同じ250kg電気炉で乾留した生成コークスの平均粒径を第3表に示す。

第3表 生成コークスの平均粒径（μ）

	試験配合				実炉配合炭（粉炭）
	T・I <sub>n</sub> 30%	35%	40%	35%	
平均粒径（μ）	77	75	84	78	84

第3表は乾式消火したものデーターであるが、T・I<sub>n</sub>を40%にしたものが実炉配合炭（粉炭）

入)と同程度であり、 $T \cdot I_n$  がコークス粒度調整に有益であることを示している。

#### 〔発明の効果〕

本発明は、スタンプチャージ方式により配合炭を圧密にし嵩比重を上昇せしめ、従来のスタンプチャージの欠点である細粒化防止ならびに原料配合炭を石炭化度( $R_o$ )、石炭最高流動度(MF)及び石炭の不活性成分及び鉱物質の和( $T \cdot I_n$ )の3つのパラメータで管理することにより、従来粉炭投入時と異なる冷間強度の生成コークスを製造しうるものである。

更に上記パラメータで決定する原料炭配合割合により、有利な価格の原料炭の使用を可能としコークス品質ならび生産性の向上と生産コストの低廉なコークス製造方法を提供するものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は $T \cdot I_n$ を一定としMFを変動した場合の嵩密度と $DI_{15}^{80}$ との関係グラフ、第2図はMFを一定とし $T \cdot I_n$ を変動した場合の嵩密度と $DI_{15}^{80}$ との関係グラフである。

代理人 弁理士 木村三朗

